(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-230129

(P2000-230129A)

(43)公照日 平成12年8月22日(2000,8,22)

(51) Int.Cl.'	鉄別配号	F I	テーマコート*(参考)
CO 8 L 101/14		C 0 8 L 101/14	
CO8K 3/00		C 0 8 K 3/00	
5/00		5/00	

### 審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 9 頁)

(21)出願番号	<b>特膜平11-349401</b>	(71)出版人	000004628
			株式会社日本触媒
(22)出顧日	平成11年12月8日(1999.12.8)		大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号
		(72)発明者	原田 信奉
(31)優先権主張番号	特膜平10-352830		兵庫県姫路市親干区與浜字西沖992番地の
(32) 優先日	平成10年12月11日 (1998. 12. 11)		1 株式会社日本触媒内
(33)優先権主張国	日本 (JP)	(72) 発明者	阪本 繁
			兵庫県姫路市終干区與浜字西沖992番地の
			1 株式会社日本触媒内
		(72)発明者	中橋 康久
			兵庫県姫路市網干区興張字西沖992番地の
•			1 株式会社日本触媒内
	ř.	ŀ	
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水剤組成物

(57)【要約】

1.

[課題] 着色がなく、長期間保存後も優れた塩水に対する加圧下吸収倍率を維持できる新規な吸水剤組成物を提供する。

[解決手段] 酸性水膨潤性架橋重合体と塩基性水彫潤性架橋重合体と、着色防止剤および/または酸化防止剤 および/またはホウ素化合物とを含んでなる吸水剤組成物により上配目的を達することができる。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】酸性水彫凋性架橋重合体と塩基性水影覆性 架橋重合体と着色防止剤とを含んでなる吸水剤組成物。

【請求項2】酸性水影潤性架橋重合体と塩基性水影潤性 架橋重合体と酸化防止剤とを含んでなる吸水剤組成物。 【請求項3】酸化防止剤が着色防止剤である請求項2記 載の吸水剤組成物。

【請求項4】酸性水彫潤性架橋重合体と塩基性水彫潤性 架橋重合体とホウ素化合物とを含んでなる吸水剤組成 物

【請求項5】ホウ素化合物が養色防止剤である請求項4 記載の吸水剤組成物。

#### 【発明の詳細な説明】

### [0001]

[発明の属する技術分野] 本発明は、吸水剤組成物に関するものである。更に詳しくは、着色がなく、長期間保存後も優れた塩水に対する加圧下吸収倍率を推持できる新規な吸水剤組成物に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】近年、紙オムツや生理用ナプキン、いわ 20 ゆる失禁パット等の衛生材料には、その構成材として、 体液を吸収させることを目的とし、いわゆる吸水性ポリマーが幅広く使用されている。

[0003]上記の吸水性ポリマーとしては、例えば、ポリアクリル酸部分中和物架橋体、澱粉ーアクリル酸グラフト重合体の加水分解物、酢酸ビニルーアクリル酸エステル共重合体ケン化物、アクリロニトリル共重合体若しくはアクリルアミド共重合体の加水分解物又はこれらの架橋体等が知られている。

【0004】しかし、これら従来知られている吸水性ボ 30 リマーのほとんどその全てかその酸基をアルカリ金属化 合物で中和したものである。このため、その粒子表面近 傍を2次架橋処理していない場合にはその生理食塩水に 対する加圧下の吸収倍率は 10g/g未満であり、たとえその粒子表面近傍が2次架橋処理されたものであったとしても生理食塩水に対する加圧下の吸収倍率は高くとも25g/gで、紙おむつや生理用品に用いられるには 依然として不十分であった。またこれら公知の吸水性ボリマーは電解質を含む水性液体に対しては吸収倍率が著しく低下するためにその適用範囲が限られ、加圧下条件 40 であっても塩水をすばやく吸収し影響できる新しい塩水 吸収利が曝望されていた。

[0005] このような問題点を解決するためにWO8 2/20735号公報、WO98/24832号公報、 セリック98/37149号公報では酸性水膨潤性架橋重合体と塩基性水膨潤性架橋重合体とからなる脱塩効果を有る吸水剤組成物が提案されている。しかしながらこれたの特許に記載のものは、その加圧下における塩水吸収 体に速度が遅く、また単位時間あたりの加圧下吸収倍率が低 り、のみならず長期間の保存安定性が悪く、熱や水分の存 50 い。

在により経時的に着色し、更には塩水に対する加圧下吸 収倍率が経時的に低下するという問題があった。 4

### [0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記従来の問題点に鑑みなされたものであり、その目的は、著色がなく、長期間保存後も優れた塩水に対する加圧下吸水倍率を発揮できる、新規な吸水剤を提供することにある。従って、本発明の吸水剤組成物はおむつなどの吸収物品の吸水剤として、より実用性の高い吸水剤組成物を提供10できるものである。

### [00071

【課題を解決するための手段】本願発明者等は、上記目的を達成できる新規な吸水剤組成物について鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち本発明は、酸性水 眼澗性架橋重合体と塩基性水影澗性架橋重合体と着色防 止剤とを合んでなる吸水剤組成物(第1発明)、酸性水 彫澗性架橋重合体と塩基性水影澗性架橋重合体と酸化防 止剤とを含んでなる吸水剤組成物(第2発明)、酸性水 彫澗性架橋重合体と塩基性水影澗性架橋重合体とない 彫澗性架橋重合体と塩基性水影澗性架橋重合体とホウ素 化合物とを含んでなる吸水剤組成物(第3発明)であ れた物とを含んでなる吸水剤組成物(第3発明)であ

[0008] おどろくべきことに、酸性水膨溜性架橋重合体と塩基性水膨潤性架橋重合体と着色防止剤および/またはホウ素化合物とを含んでなる吸水剤組成物が、熱や水分の存在下においても経時的にほとんど着色せず、更に驚くべきことに塩水に対する加圧下吸収倍率がまったく低下しない吸水剤組成物が得られることが見出されたのである。

【0009】以下に本発明について詳細に説明する。本 発明において、酸性水膨潤性架橋重合体とは、純水中で 酸性を示し且つ純水を吸収し膨潤することのできる範囲 まで架橋されている水膨潤性架橋重合体である。本発明 において酸性水膨潤性架橋重合体は、例えば純水中での pKaが2~12の範囲で純水の吸収倍率が1g/g以 上であることが好ましく、純水中でのpKaが3~8で 純水の吸収倍率が5g/g以上であることがより好まし い。pKa値および純水の吸収倍率がこれらの範囲をは ずれる場合には、本発明の効果を達成できないことがあ る。このような物性値を示す酸性水膨潤性架橋重合体と しては、例えば酸性基を含みその酸性基の50%~10 0 モル%が酸の形で存在し水不溶性となるまでゆるく架 橋された水彫酒性架橋重合体を挙げることができる。 [0010]より好ましくはその酸性基の70~100 モル%が酸の形で存在し、最も好ましくはその酸性基の 90~100モル%が酸の形で存在し且つ水不溶性にな るまでゆるく架橋された水彫御性架橋重合体である。ま た。本発明で好ましく用いられる酸性水膨潤性架橋重合 体は、そのアニオン当量が少なくとも5meq/gであ り、少なくとも10meq/gであることがより好まし

[0011]本発明で好ましく用いることのできる酸性 水膨稠性架橋重合体としては例えば、カルボン酸基、ス ルホン酸基およびリン酸基からなる群より選ばれる少な くとも1種の酸基を含有する水影潤性架橋重合体を挙げ ることができる。本発明において、酸性水膨潤性架橋重 合体は例えば、イ)酸基を含有する重合性単量体を共重 合性架橋剤の存在下に重合する方法、ロ) 酸基を含有す る重合性単量体を重合して得られた酸基含有重合体に後 架橋処理を施す方法などの従来公知の方法により得ると とができる。また本発明で用いることのできる酸性水膨 10 潤性架橋重合体はポリアスパラギン酸架橋体、ポリグル タミン酸架橋体のような架橋ボリペプチドやカルボキシ メチルセルロース架橋体のような天然物由来の酸性水彫 **潤性架橋重合体であってもよい。** 

[0012] 酸基含有重合体の後架橋処理は、例えば、 1) 加熱処理により架橋構造を導入する方法、2)電子 線、ガンマー線などの放射線照射により架板構造を導入 する方法、3) ポリエチレングリコールジグリシジルエ ーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレン グリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリ 20 体と反応性の官能基を少なくとも1個有する化合物 コール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレン ジアミン、ポリエチレンイミン、エチレンカーボネート などの酸基含有重合体の官能基と反応し得る官能基を1 分子中に2個以上有する化合物により重合体に架橋構造 を導入する方法などにより達成することができる。

( )

【0013】本発明においてより好適に採用される酸性 水膨潤性架橋重合体の製法は、その重合度および架橋度 のコントロールの容易さから、イ)の酸基を含有する重 合性単量体を共重合性架橋剤の存在下に重合する方法で

[0014]本発明で好適に使用できる酸基を含有する 重合性単量体としては例えば、アクリル酸、メタアクリ ル酸、エタアクリル酸、クロトン酸、ソルビン酸、マレ イン酸、イタコン酸、けい皮酸、それらの無水物などの カルボン酸基を含有する重合性単量体: ピニルスルホ ン酸、アリルスルホン酸、スチレンスルホン酸、ビニル トルエンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2 -メチルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイ ルエタンスルホン酸、2-(メタ) アクリロイルプロバ ンスルホン酸などのスルホン酸基を含有する重合性単量 40 体:2-ヒドロキシエチルアクリロイルホスフェート、 2-ヒドロキシエチルメタクリロイルホスフェート、フ ェニルー2~アクリロイロキシエチルホスフェート、ビ ニルリン酸などのリン酸基を含有する重合性単量体等を 挙げることができる。

【0015】 とれらのうちで好ましいものはカルボン酸 基またはスルホン酸基を含有する重合性単量体であり、 特に好ましいものはカルボン酸基を含有する重合性単量 体であり、最も好ましくはアクリル酸である。これらの 種以上を併用してもよい。

【0016】本発明において、前記酸基を含有する単量 体と共に必要により他の重合性単量体を使用することが できる、このようなものとしては例えばメチル(メタ)ア クリレート、エチル(メタ)アクリレート、メトキシボリ エチレングリコール (メタ) アクリレート、ポリエチレ ングリコールモノ(メタ)アクリレートなどの不飽和力 ルボン酸(アクリル酸、メタアクリル酸、エタアクリル 酸、クロトン酸、ソルビン酸、マレイン酸、イタコン 酸、けい皮酸など)のアルキルまたはアルキレンオキシ ドエステル類: スチレンなどの芳香族ピニル炭化水素: エチレン、プロピレン、プテンなどの脂肪族ビニル炭化 水素:アクリロニトリルなどの不飽和ニトリル類:アク リルアミド、メタアクリルアミドなどの不飽和アミド類 などが挙げられる。

[0017]本発明において好適に使用できる酸基を含 有する単量体と共重合できる共重合性架橋剤としては、 少なくとも2個の重合性二重結合を有する化合物(1) および少なくとも1個の重合性二重結合を有しかつ単重 (2) が挙げられる。

【0018】化合物(1)の具体例としては以下のもの が挙げられる。例えば、N. N'ーメチレンビス(メ タ) アクリルアミド、 (ポリ) エチレングリコールジ (メタ) アクリレート、(ポリ) プロビレングリコール ジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ (メタ) アクリレート、トリメチロールプロバンジ (メ タ) アクリレート、グリセリントリ (メタ) アクリレー ト、グリセリンアクリレートメタクリレート、エチレン 30 オキサイド変性トリメチロールプロパントリ (メタ) ア クリレート、ペンタエリスリトールテトラ (メタ) アク リレート、ジベンタエリスリトールヘキサ (メタ) アク リレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルインシ アヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミ ン、ボリ (メタ) アリロキシアルカン、ジビニルベンゼ ン、ジビニルトルエン、ジビニルキシレン、ジビニルナ フタレン、ジビニルエーテル、ジビニルケトン、トリビ ニルベンゼン、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチ レンジイソシアネートなどである。

【0019】化合物(2)の例としては、たとえばグリ シジル (メタ) アクリレートのような一分子中にエポキ シ基と重合性二重結合を有する化合物:N-メチロール (メタ) アクリルアミドのような一分子中にヒドロキシ 基と重合性二重結合を有する化合物;N、N、N-トリ メチル-N-(メタ) アクリロイオキシエチルトリメチ ルアンモニウムクロライド、N.N.N-トリエチルー N- (メタ) アクリロイオキシエチルトリメチルアンモ ニウムクロライド、 (メタ) アクリル酸ジメチルアミノ エチル、(メタ) アクリル酸ジエチルアミノエチル、ア 酸基を含有する単量体は単独で使用してもよく、また2 50 リルアミン、ビニルビリジンのような 1 ~4 級アミノ基 含有不飽和化合物などを挙げることができる。

【0020】共重合性架橋剤のうちで好ましいものは、 ピス (メタ) アクリルアミド、ポリオールと不飽和モノ カルボン酸とのジーまたはポリーエステル、ポリアリル 化合物であり、特に好ましいものは、N,N'ーメチレ ンピスアクリルアミド、トリメチロールプロパントリ (メタ) アクリレート、「ポリ) エチレングリコールジ アクリレート、トリアリルアミン、ポリ(メタ) アリロ キシアルカンより選ばれる少なくとも1種である。

【0021】本発明において共重合性架橋剤の量は全重 10 合性単量体および共重合性架橋剤の合計重量にもとづいて通常0.001~10%、好ましくは0.01~5%である。共重合性架橋剤の量が0.001%未満では得られたポリマーは吸水時のゲル強度が小さくなることがあり、10%を越えると吸収倍率が低くなることがあるため好ましくない。

[0022]必要により使用される他の重合性単量体の 量は全重合性単量体および共重合性架橋剤の合計重量に 基づいて通常40%以下、好ましくは20%以下であ る。

[0023] なお重合に際しては、澱粉やセルロース、澱粉やセルロースの誘導体、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸架橋体等の親水性高分子、次亜リン酸(塩)等の連鎖移動剤や、水溶性ないし水分散性界面活性剤を添加してもよい。なお、これら重合性単量体に加える化合物は、米国特許4076663号、同4320040号、同4833222号。同518719号、何5149750号、同5154713号よび同5264495号や、欧州特許03729831号および同0496594号などに例示されている。

【0024】本発明において、酸基含有単量体の重合方法、または酸基含有単量体および共重合性架橋剤および必要により使用されるその他の重合性単量体の重合方法は、例えば、バルク重合や沈澱重合を採用することも可能であるが、性能面や重合の制御の容易さから、単量を水溶液として、水溶液重合、逆相懸濁重合を行うことが好ましい。またこの場の溶媒として、例えば水、メタノール、エタノール、アセトン、N、Nージメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、メチルエチルケトン、およびこれらの2種以上の混合物を使用してもよい。溶媒を使用した場合の酸基含有単量体の濃度には特に限定はないが、重量基準で通常10%以上、好ましくはについては通常0℃~150℃、好ましくは10~100℃の範囲である。

[0025]また重合を開始する方法としては、従来から知られている方法で良く、例えばラジカル重合触媒を用いて重合させる方法、および放射線、電子線、紫外線などを照射する方法を挙げることができる。

【0026】ラジカル重合触媒を用いる方法において、 との触媒としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウ ム、過硫酸ナトリウムなどの無機過酸化物: t ープチル ハイドロバーオキサイド、過酸化水素、過酸化ベンゾイ ル、クメンヒドロバーオキサイドなどの有機過酸化物; 2. 2′-アゾビス(2-アミジノプロバン)二塩酸 塩、アゾイソプチロニトリル、アゾピスシアノ吉草酸等 のアゾ化合物を挙げることができる。過酸化物のような 酸化性ラジカル重合触媒を用いる場合、亜硫酸ナトリウ ム、亜硫酸水素ナトリウム、硫酸第一鉄、L-アスコル ビン酸等の還元剤を併用してレドックス重合としても良 い。尚、重合触媒として単量体に添加される還元剤は重 合時に消費されるため、添加される還元剤が酸化防止機 能を有しているとしても本発明の吸水剤組成物とはなり 得ない。またこれらラジカル重合触媒の複数種を併用し て用いてもよい。ラジカル重合触媒の使用量も通常で良 く、例えば全重合性単量体および共重合性架橋剤の合計 重量に基づいて通常0.0005~5%、好ましくは 0.0001~1%である。

【0027】本発明において、塩基性水膨潤性架橋重合 体とは、純水中で塩基性を示し且つ純水を吸収し影響す るととのできる範囲まで架標されている水膨潤性架橋重 合体である。本発明において塩基性水膨潤性架橋重合体 は、例えば純水中でのpKbが2~12の範囲で純水の 吸収倍率が1g/g以上であることが好ましく、純水中 でのpKbが3~8の範囲で純水の吸収倍率が5g/g・ 以上であることがより好ましい。pKb値および純水の 吸収倍率がとれらの範囲をはずれる場合には、本発明の 効果を達成できないことがある。このような物性値を示 30 す塩基性水膨潤性架橋重合体としては、例えば塩基性基 を含みその塩基性基の50%~100モル%が塩基の形 で存在し水不溶性となるまでゆるく架橋された水影微性 架橋重合体を挙げることができる。より好ましくはその 塩基性基の70~100モル%が塩基の形で存在し、最 も好ましくはその塩基性基の30~100モル%が塩基 の形で存在し且つ水不溶性になるまでゆるく架橋された 水影潤性架橋重合体である。本発明でより好ましく使用 される水中で塩基性を示す水影潤性架橋重合体は、その 塩基性基の50%~100モル%が塩基の形で存在し水 40 不溶性となるまでゆるく架橋された1~4級のアミノ基 含有架橋重合体である。

[0028] このようなものとしては例えば、ボリアルキレンアミン架橋体、ボリビニルアミン架橋体、ボリアリルアミン架橋体、ボリビニルビリジン架橋体、ボリビニルビリジンアミンオキシド架橋体、ボリジアナルアミン架橋体、ボリアミドボリアミン架橋体、ボリジメチルアミノアルキルアクリレート架橋体、ボリジメチルアミノアルキルアクリレート架橋体、ボリジメチルアミノアルキルアクリレート架橋体、ボリジメチルアミノアルキルアクリ

ルアミド架橋体、ポリアミジン架橋体、ポリアクリル酸 ヒドラジン架橋体、アスパラギン酸ーヘキサメチレンジ アミン重縮合物の架橋体、ポリリシンのような塩基性ポ リアミノ酸架橋体、キトサン架橋体およびこれらの重合 体の共重合体などを挙げることができ、これらは水彫潤 性を示し且つ水不溶性になるまで架橋されていることが 必須である。

[0029] 好ましくは、塩基性水膨潤性架橋重合体がアミノ基含有架橋重合体であり、より好ましくは塩基性水膨潤性架橋重合体が、ポリエチレンイミン架橋体、ボ 10リアリルアミン架橋体、ポリNービニルイミダゾール架橋体、ポリビニルビリジン架橋体、ポリビニルビリジンアミンオキシド架橋体、ポリアミジン架橋体、ポリアクリル酸ヒドラジン架橋体はよびポリジアリルアミン架橋体がある。群より選ばれる少なくとも1種であり、最も好ましくはポリエチレンイミン架橋体、ポリアリルアミン架橋体がよりにポリエチレンイミン架橋体、ポリアリルアミン架板体とり消ばれる少なくとも1種である。

【0030】本発明の塩基性水膨潤性架橋重合体は、対応する塩基性基含有単量体を重合する際に他の共重合性 架橋剤と共重合して架橋重合体としたり、塩基性基含有 20 重合体をその官能基(例えばアミノ基)と反応し得る基 を2個以上有する架橋剤で架橋するなど従来公知の方法 で重合体に架橋構造を導入することで得ることができ る。

【0031】架極剤としては、その官能基がアミノ基で ある場合には例えば、エポキシ基、アルデヒド基、ハロ ゲン化アルキル基、イソシアネート基、カルボキシル 基、酸無水物基、酸ハライド基、エステル結合部分など を1分子あたり2個以上有する、従来一般に用いられて いる化合物を使用できる。とのような架橋剤としては、 例えば、ビスエポキシ化合物、エピクロルヒドリン、ジ プロムエチレンなどのジハロゲン化物、ホルマリン、グ リオキザールのようなジアルデヒド化合物。(ポリ)エ チレングリコール類のジグリジシルエーテル、(ポリ) プロピレングリコール類のジグリシジルエーテル、ネオ ペンチルアルコールなどのジアルコールのジグリシジル エーテル類、グリセロールのポリグリシジルエーテル類 などが挙げられるがこれらに限定されるものではない。 【0032】架橋剤の種類および量は、得られる塩基性 水彫潤性架橋重合体の吸収倍率、強度などを考慮しつつ 40 選択されるが、塩基性基含有重合体がアミノ基含有重合 体である場合には、高分子のアミンユニットに対し0. 001~20モル%の範囲が好ましい。架橋剤量が0. 001モル%よりも少ない場合には得られる水膨潤性架 橋重合体の吸収倍率が低くまた強度が不十分となり、2 0 モル%以上の場合には吸収倍率が低下することがあ る。本発明で好ましく用いられる塩基性水膨潤性架橋重 合体は、そのカチオン当量が少なくとも5 meq/gで あり、少なくとも10meq/gであることがより好ま LLS.

【0033】本発明の吸水剤組成物における、酸性水膨潤性架橋重合体と塩基性水彫潤性架橋重合体との割合は、被吸収液のpHにもよるがその脱塩効果が最大となるように、例えば、エン当量とか好ましい。従って両者の使用割合は、酸性水彫潤性架橋重合体の基本分子量と酸性度、および塩基性水彫潤性架橋重合体の基本分子量と酸性度、および塩基性水彫潤性架橋重合体の基本分子量と改進性度により決定される。例えば、塩基性水彫潤性架橋重合体がポリエチレンイミン架橋体で酸性水彫潤性架橋重合体がポリエチレンイミン架橋体で酸性水彫潤性架橋重合体がポリアクリル酸架橋体の場合はその重量比は1:0.5~1:3の範囲が好ましく、塩基性彫潤性架橋重合体がポリアリル中で酸性水彫潤性架橋重合体がポリアリル酸架橋体の場合はその重量比は1:0.75~1:4の範囲が好ましい。

【0034】本発明において使用される着色防止剤としては、その添加により本発明の吸水剤組成物の着色防止および加圧下吸収倍率の維持効果に効を奏する添加剤であれば特に制限されないが、より好ましくは、酸化防止剤がよび/またはホウ素化合物である。また、着色防止剤の量としては、酸性水膨滞性架橋重合体と塩基性水膨滞性架橋重合体の計量100重量部に対し、0.001~10重量部の範囲である。更に着色防止剤は通常、溶液の状態、あるいは固体の状態で添加される。

【0035】本発明において使用される酸化防止剤とし ては、フェノール系、モノフェノール系、ビスフェノー ル系、高分子型フェノール系、硫黄系、リン系等の化合 物、あるいはエリソルビン酸、アスコルビン酸およびそ の誘導体などのオキシ酸を挙げることができる。フェノ ール系酸化防止剤としては、たとえばブチルヒドロキシ アニソール、2、6-ジーt-ブチルーpークレゾー ル、2、6-ジ-t-ブチル-4-エチルフェノール等 が挙げられる。ビスフェノール系酸化防止剤としては、 たとえば2、2'ーメチレンビス(4-メチル-6-t ーブチルフェノール)、2、2'ーメチレンビス(4-エチルー6-t-ブチルフェノール)、4.4'ーチオ ビス (3-メチルー6-t-ブチルフェノール) 等を挙 げることができる。高分子型フェノール系酸化防止剤と しては、たとえば1.1.3-トリス(2-メチルー4) ーヒドロキシー5ー tーブチルフェニル) ブタン、1、 3, 5-トリメチル-2, 4, 6-トリス (3, 5-ジ -t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル) ベンゼン、ト コフェロール等を挙げることができる。硫黄系酸化防止 剤としては、例えば亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナト リウム、無水亜硫酸、メタ重亜硫酸カリウム、ジラウリ ルチオジプロビオネート等が挙げられる。リン系酸化防 止剤としては、たとえばリン酸、ポリリン酸、トリフェ ニルホスファイト、亜燐酸、次亜燐酸、オルトりん酸、 次りん酸、メタりん酸、ピロりん酸、トリポリりん酸、 50 ウルトラりん酸等が挙げられる。その他、エリソルビン

酸(またはNa塩)、ジブチルヒドロキシトルエン、d 1-α-トコフェロール、ノルジヒドログラヤレチック 酸、レーアスコルビン酸(またはNa塩)、 レーアス コルビン酸ステアラート、没食子酸プロビル、エチレン ジアミン四酢酸二ナトリウム、ジフェニルアミン、ピロ ガロール、くえん酸、くえん酸ナトリウム、グリコール 酸、乳酸、ヒドロキシアクリル酸、α-ヒドロキシ酪 酸、β-ヒドロキシイソ酪酸、2-ヒドロキシプロピオ ン酸、 $\alpha$ -ヒドロキシイソカブロン酸、 $\beta$ ,  $\beta$ ,  $\beta$ -ト リクロロ乳酸、グリセリン酸、リンゴ酸、α-メチルリ 10 ンゴ酸、酒石酸、タルトロン酸、テトラヒドロキシコハ ク酸、βーヒドロキシグルタル酸、ヒドロキシマロン 酸、グルコン酸、サリチル酸、m-ヒドロキシ安息香 酸、p-ヒドロキシ安息香酸、マンデル酸、トロバ酸等 のオキシ酸化合物ならびにそれらの無機塩・有機塩・エ ステル類が挙げられる。中でも本発明においてより好ま しい酸化防止剤は、アスコルビン酸、アスコルビン酸ナ トリウム、アスコルビン酸ステアラート、ジフェニルア ミン、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、無水 亜硫酸、メタ重亜硫酸カリウム、レーシステイン塩酸 塩、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム、エリソルビ ン酸、エリソルビン酸ナトリウム、くえん酸、くえん酸 ナトリウム、トコフェロール、ジブチルヒドロキシトル エン、ブチルヒドロキシアニソール、ピロピルガレー ト、りん酸、トリプトファン、トコフェロール、没食子 酸プロビル、グアヤク脂、ノルジヒドログラヤレチック 酸等の、化粧品原料基準に記載および/または食品添加 物として認められている上記酸化防止剤より選ばれる少 なくとも1種である。またこれら酸化防止剤は2種以上 併用するとともできる。

【0036】本発明における酸化防止剤の量としては、 酸性水膨潤性架橋重合体と塩基性水膨潤性架橋重合体の 合計量100重量部に対し、0.001~30重量部の 範囲、好ましくは0.01~10重量部の範囲である。 酸化防止剤の量が0.001重量部未満では、着色防止 効果および塩水に対する加圧下吸収倍率の改善が不十分 であるため好ましくない。30 重量部を超えると塩水に 対する加圧下吸収倍率が逆に低下するので好ましくな

しては、ホウ酸、メタホウ酸、ビロホウ酸、四ホウ酸、 無水ホウ酸;ホウ酸アンモニウム、ホウ酸亜鉛、ホウ酸 アルミニウムカリウム、ホウ酸カリウム、ホウ酸銀、ホ ウ酸マンガン、ホウ酸銅、ホウ酸鉛、ホウ酸ニッケル、 ホウ酸バリウム、ホウ酸ビスマス、ホウ酸マグネシウ ム、ホウ酸マンガン、ホウ酸リチウムおよびホウ酸ナト リウムなどのホウ酸塩;ホウ酸メチル、ホウ酸エチル、 ホウ酸トリフェニルエステルおよびホウ酸トリメチルな どのホウ酸エステル化合物;水素化ホウ酸ナトリウム、 酸化ホウ素などが挙げられる。とれらのうち、取り扱い 50 ができる吸収性物品を提供できる。

性、毒性、溶解性を考慮すると、ホウ酸類、特にホウ酸 が好ましい。

【0038】本発明におけるホウ素化会物の量として は、酸性水彫潤性架橋重合体と塩基性水彫潤性架橋重合 体の合計量100重量部に対し、0.001~30重量 部の範囲、好ましくは0.01~10重量部の範囲であ る。ホウ素化合物の量が0.001重量部未満では、着 色防止効果および塩水に対する加圧下吸収倍率の改善が 不十分であるため好ましくない。30重量部を招えると 塩水に対する加圧下吸収倍率が逆に低下するので好まし くない。

[0039] 着色防止剤および/または酸化防止剤およ び/またはホウ素化合物と、酸性水影潤性架橋重合体と 塩基性水彫潤性架橋重合体との混合方法は特に限定され るものではないが、3者を同時に混合しても良く、予め 3者のうち2者を混合した後もう1者を添加混合しても よい。この場合3者のうちのいずれかを水溶液あるいは 含水ゲル状態で混合しても良く、ドライブレンドによっ ても所望の吸水剤組成物を得るととができる。本発明に おいて、着色防止効果および塩水に対する加圧下吸収倍 率の維持効果に最も効果のある添加剤としては、前記化 合物の中でもとりわけ、ホウ素化合物、硫黄系酸化防止 剤より選ばれる少なくとも1種である。

【0040】3者を均一かつ確実に混合するための混合 装置としては、例えば、円筒型混合機、二重壁円錐型混 合機、V字型混合機、リボン型混合機、スクリュー型混 合機、逆戻り防止部材を内部に(好ましくはミートチョ ッパーケーシング内にらせん状に) 備えたミートチョッ パー、流動型炉ロータリーデスク型混合機、気流型混合 機、双腕型ニーダー、内部混合機、粉砕型ニーダー、回 転式混合機、スクリュー型押出機、万能混合機等を使用 できる。尚、混合は3者が練られないような条件下、よ り具体的には混合時に加わる力が50kg/平方センチメ ートル (490N/cm²)未満の面圧力あるいは2 5 Kq/cm (245N/cm)未満の線圧力となるような条件下で混合され ることがより好ましい。

【0041】また、本発明では、さらに消毒剤、消臭 剤、抗菌剤、香料、各種の無機粉末、発泡剤、顔料、染 料、親水性繊維、フィラー、疎水性繊維、肥料等を添加 【0037】本発明において使用されるホウ素化合物と 40 し、これにより、本発明の吸水剤組成物に種々の機能を 付与させるとともできる。

> [0042] 本発明により得られた吸水剤組成物は、着 色がなく、長期間保存後も優れた塩水に対する加圧下吸 水倍率を発揮できるという特徴を有する。

> [0043]本発明の吸水剤組成物は、各種の吸収性物 品、特に、薄型化の進む紙オムツや生理用ナプキン、失 禁バット、ペット用シーツ等の吸収体に特に好適に用い ることができ、長時間使用した場合であっても漏れを著 しく低減でき、表面をサラサラの乾いた状態に保つこと

[0044] 本発明の吸水剤組成物は、塩水をすばやく 吸収できるので、各種の吸収性物品:紙オムツや生理用 ナプキン、失禁バット等の吸水剤、ワイバーの吸水剤な どの衛生材料分野:鮮度保持剤、肉類・魚介類のドリッ ブ吸収剤などの食品分野;植物や土壌の保水剤、法面緑 化用保水剤などの農園芸分野;塗料添加剤、結構防止剤 などの建材分野:光ケーブル用止水剤、海底ケーブル用 止水剤などの通信分野;印刷フィルムの表面コート剤な どの情報分野;含水物凝固剤などの産業用分野;使い捨 てカイロ、塩化カルシウムを主剤とした乾燥剤などの家 10 庭用品分野:土木用シーリング剤、コンクリート混和剤 などの土木分野など広範囲の分野に好適に用いることが できる.

[0045]

さらに詳細に説明するが、本発明はこれらにより何ら限 定されるものではない。尚、吸水剤組成物の塩水に対す る加圧下吸収倍率、着色試験は以下の方法で測定した。 【0046】(a)塩水に対する加圧下吸収倍率 ステンレス400メッシュの金網(目の大きさ38μ m) を底に融着させた内径60mmのプラスチックの支 持円筒の底の網上に、吸水剤組成物の、9gを均一に散 布し、その上に吸水剤組成物に対して、50g/cm² (4.9kPa)の荷重を均一に加えることができるように調

【実施例】以下、実施例および比較例により、本発明を

整された、外径が60mよりわずかに小さく支持円筒と の壁面に隙間が生じず、かつ上下の動きは妨げられない ピストンと荷重をとの順に戴置し、との測定装置一式の

重量を測定した(Wa)。

【0047】150mmのペトリ皿の内側に直径90m 血のガラスフィルターを置き、塩水(塩化カリウム2. 0g、硫酸ナトリウム2.0g、リン酸二水素アンモニ ウム0.85g、リン酸水素二アンモニウム0.15 g. 塩化カルシウム二水和物 0. 25g、塩化マグネシ ウム六水和物0.5gに溶解のための脱イオン水を加え 総重量1000gとしたもの)をガラスフィルターの表 面と同レベルになるように加える。その上に直径90m mの遮紙を載せ表面が全て濡れるようにし、かつ過剰の 液を除く。

【0048】上記測定装置一式を前記湿った遮紙上にの せ、液を荷重下で吸収させる。吸水剤組成物が所定時間 40 液を吸収した後、測定装置一式を持ち上げ、その重量を 再測定する(Wb)。WbよりWaを差し引いた値を吸 水剤組成物の重量(0.9g)で除して塩水に対する加 圧下吸収倍率(g/g)を求めた。上記測定はビストン と荷重が載ったまま行われ、重量測定後、測定装置一式 を前記湿った濾紙上に再度のせ、次の所定時間まで塩水 を荷重下で吸収させ、この操作を繰り返して、塩水に対 する加圧下での吸収速度を比較した。単位時間あたりの 塩水に対する加圧下吸収倍率が大きい程、荷重下におけ る塩水吸収速度が速いことになる。

[0049] (b) 着色試験

吸水剤組成物の着色については、日本電色工業(株)製 の分光光度計S Z - Z 8 0 COLOR MEASURING SYSTEM/ 内径30mmの円盤状・試料台に吸水剤組成物粉末を充 填して、その色を測定した。

[0050] (参考例1) 酸性水膨潤性架橋重合体の合

アクリル酸1008.8部、共重合性架橋剤としてN. N'-メチレンピスアクリルアミド8.63部、および 水3960.9部を混合し、窒素ガスで60分脱気後、 開閉可能な密閉容器中に仕込み、窒素雰囲気下で液温を 2.0℃の温度に保ちながら反応系の容素置換を続けた。 次いで撹拌下に2.2′-アゾビス(2-アミジノブロ パン) 二塩酸塩の10重量%水溶液30.5部、過酸化 水素の10重量%水溶液10.8部とL-アスコルビン 酸の1重量%水溶液25、2部をそれぞれ添加したとと ろ5分後に重合が開始し、30分後に反応系はピーク温 度に達した。 集合温度がピークに達した60分後に、生 成した含水ゲル状架橋重合体を取り出し、含水ゲル状の 20 酸性水膨潤性架橋重合体(1)を得た。

[0051] (参考例2) 塩基性水膨潤性架橋重合体の 合成例

ポリアリルアミンの10重量%水溶液(商品名: PAA -10C、日東紡績株式会社製) 3417. 5部に架橋 剤としてエチレングリコールジグリシジルエーテル(商 品名:デナコールEX810、ナガセ化成工業株式会社 製)を82.5部混合し、密閉容器中で60℃で3時間 加熱し、含水ゲル状のポリアリルアミン架橋体を得た。 得られた含水ゲル状のポリアリルアミン架橋体を含水ゲ ル状の塩基性水膨潤性架橋重合体(1)とした。

【0052】(実施例1)参考例1で得られた含水ゲル 状の酸性水膨潤性架橋重合体(1)100部に対し、参 考例2で得られた含水ゲル状の塩基性水膨潤性架橋重合 体(1)145部を加え、更に酸化防止剤として亜硫酸 水素ナトリウム粉末0.345部を加えニーダー中で混 合し、さらに混合物をミートチョッパーを通過せしめて 混合物を得た。該混合物をポリ袋に入れて60℃の恒温 恒源機中で5日間放置した。5日後に該混合物をポリ袋 より取り出し、熱風乾燥機中で2時間乾燥した後、卓上 粉砕機で粉砕した。粉砕物を分級し、目開き850ミク ロンの金網通過物せしめ、通過物を分取して本発明の吸 水剤組成物(1)を得た。本発明の吸水剤組成物(1) は測定開始から4時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率 が49.2g/gであった。また着色試験結果はし値が 91.2、a値が-0.75、b値が9.6でハンター 白度値が70.9、YI値は18.46であった。

[0053] (比較例1) 実施例1において、亜硫酸水 素ナトリウム粉末を添加しない以外は実施例1と同じ操 作を行い、亜硫酸水素ナトリウムを含まない比較吸水剤

50 組成物(1)を得た。比較吸水剤組成物(1)は測定開

1.

始から4時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率がわずか 24. 9g/gであった。また着色試験結果はし値が8 9. O、a値が-0、96、b値が13.14でハンタ -白度値が62.7、 YI値は25.83であった。 酸化防止剤を含まない比較吸水剤組成物(1)は本発明 の吸水剤組成物(1)に比べ大きく着色し、また塩水に

対する加圧下吸収倍率がはるかに低い。 [0054] (実施例2)参考例1で得られた含水ゲル 状の酸性水脈瘤性架構重合体(1)100部に対し、参 考例2で得られた含水ゲル状の塩基性水彫潤性架橋重合 10 体(1)145部を加え、更に酸化防止剤として亜硫酸 水素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を加えニ ーダー中で混合し、さらに混合物を逆戻り防止部材をミ ートチョッパーケーシング内にらせん状に備えたミート チョッパーを通過せしめて混合物を得た。該混合物をポ リ袋に入れて60℃の恒温恒湿機中で10日間放置し た。10日後に該混合物をポリ袋より取り出し、120 \*Cの熱風乾燥機中で2時間乾燥した後、卓上粉砕機で粉 砕した。粉砕物を分級し、目開き850ミクロンの金網 通過物せしめ、通過物を分取して本発明の吸水剤組成物 20 (2)を得た。本発明の吸水剤組成物(2)は測定開始 から1時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率が37.6 g/g. 4時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率が4 2g/gであった。また着色試験結果はし値が8 8. 74、a値が-1. 19、b値が16. 18でハン

【0055】(比較例2)実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウム水溶液を添加しない以外は実施例2と同じ 操作を行い、亜硫酸水素ナトリウムを含まない比較吸水 30 剤組成物(2)を得た。比較吸水剤組成物(2)は測定 開始から1時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率が2 5. 1g/g、4時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率 が28.7g/gであった。また着色試験結果はし値が 84.15、a値が0.56、b値が23.98でハン ター白度値が41.17、YI値は45.98であっ

ター白度値が55°.66、YI値は29.95であっ

tc.

[0056] (実施例3) 実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を使用する 代わりにリン酸の10重量%水溶液13.9部を使用す る以外は実施例2と同じ操作を行い、リン酸を含む本発 明の吸水剤組成物(3)を得た。本発明の吸水剤組成物 (3)は測定開始から1時間後の塩水に対する加圧下吸 収倍率が25.0g/g、4時間後の塩水に対する加圧 下吸収倍率が26、5g/gであった。また着色試験結 果はし値が86.45、a値が-0.20、b値が2 1. 39でハンター白度値が46.87、YI値は4

【0057】 (実施例4) 実施例2において、亜硫酸水

0.26であった。

14 代わりにホウ酸粉末0.882部を使用する以外は実施 例2と同じ操作を行い、ホウ酸を含む本発明の吸水剤組 成物(4)を得た。本発明の吸水剤組成物(4)は測定 開始から1時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率が4 0、5g/g、4時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率 が44.3g/gであった。また着色試験結果はし値が 87.92.a値が-0.62.b値が19.19でハ ンター白度値が51、28、YI値は35、77であっ

【0058】 (実施例5) 実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を使用する 代わりにリンゴ酸の10重量%水溶液19.11部を使 用する以外は実施例2と同じ操作を行い、リンゴ酸を含 む本発明の吸水剤組成物(5)を得た。本発明の吸水剤 組成物(5)は測定開始から1時間後の塩水に対する加 圧下吸収倍率が29.9g/g、4時間後の塩水に対す る加圧下吸収倍率が32.8g/gであった。また着色 試験結果はL値が87.16、a値が-0.18、b値 が19.64でハンター白度値が49.61、YI値は 37. 14であった。

[0059] (実施例6) 実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を使用する 代わりに洒石酸の10重量%水溶液21.84部を使用 する以外は実施例2と同じ操作を行い、酒石酸を含む本 発明の吸水剤組成物(6)を得た。本発明の吸水剤組成 物(6)は測定開始から1時間後の塩水に対する加圧下 吸収倍率が28.1g/g、4時間後の塩水に対する加 圧下吸収倍率が30.6g/gであった。また着色試験 結果はL値が88.32、a値が-0.85、b値が1 9. 60でハンター白度値が51.56、YI値は3 6.13であった。

【0060】(実施例7)実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を使用する 代わりにクエン酸の10重量%水溶液29.89部を使 用する以外は実施例2と同じ操作を行い、クエン酸を含 む本発明の吸水剤組成物(7)を得た。本発明の吸水剤 組成物(7)は測定開始から1時間後の塩水に対する加 FFで収倍率が27.1g/g、4時間後の塩水に対す る加圧下吸収倍率が29.6g/gであった。また着色 試験結果は1.値が87, 16 a値が-0, 11、b値 が20.36でハンター白度値が48.91、YI値は 38.44であった。

[0061] (実施例8)実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を使用する 代わりにメタリン酸の10重量%水溶液11.27部を 使用する以外は実施例2と同じ操作を行い、メタリン酸 を含む本発明の吸水剤組成物(8)を得た。本発明の吸 水剤組成物(8)は測定開始から1時間後の塩水に対す る加圧下吸収倍率が26.3g/g、4時間後の塩水に 素ナトリウムの10重量%水溶液14.7部を使用する 50 対する加圧下吸収倍率が27.5g/gであった。また 15

着色試験結果はL値が87.16、a値が-0.11、 h値が20.36でハンター白度値が48、91.Y1 値は38.44であった。

【0062】 (実施例9) 実施例2において、亜硫酸水 素ナトリウムの10重量%水溶液14、7部を使用する 代わりに亜硫酸ナトリウムの10重量%水溶液17.9 部を使用する以外は実施例2と同じ操作を行い、亜硫酸 ナトリウムを含む本発明の吸水剤組成物(9)を得た。 本発明の吸水剤組成物(9)は測定開始から1時間後の 塩水に対する加圧下吸収倍率が37.3g/g、4時間 10 後の塩水に対する加圧下吸収倍率が40.6g/gであ った。また着色試験結果は上値が89、41、a値が-1.12、b値が14、90でハンター白度値が58. 17、Y1値は27.62であった。

[0063] (実施例10) 実施例2において、亜硫酸 水器ナトリウムの10重量%水溶液14. 7部を使用す る代わりに乳酸の10重量%水溶液12.74部を使用 する以外は実施例2と同じ操作を行い、乳酸を含む本発 明の吸水剤組成物(10)を得た。本発明の吸水剤組成 物(10)は測定開始から1時間後の塩水に対する加圧 20 た吸水剤を提供することができる。 下吸収倍率が32.6g/g、4時間後の塩水に対する 加圧下吸収倍率が35、8g/gであった。また着色試 験結果はし値が86.85、a値が-0.01、b値が 19.40でハンター白度値が49.34、YI値は3 6.97であった。

【0064】 (実施例11) 実施例2において、亜硫酸\*

\* 水素ナトリウムの10重量%水溶液14. 7部を使用す る代わりに次冊りん酸ナトリウムの10重量%水溶液1 4.94部を使用する以外は実施例2と同じ操作を行 い、次亜りん酸ナトリウムを含む本発明の吸水剤組成物 (11)を得た。本発明の吸水剤組成物(11)は測定 開始から1時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率が3 3.9g/g、4時間後の塩水に対する加圧下吸収倍率 が36、9g/gであった。また着色試験結果はし値が 84.71、a値が0、65、b値が21、28でハン ター白度値が44.29、Y1値は41、42であっ tc.

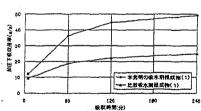
### [0065]

[発明の効果] 酸化防止剤および/またはホウ素化合物 を添加することで、着色がなくしかも長期間保存後も係 れた塩水に対する加圧下吸収倍率を維持できる新規な吸 水剤を提供することができる。本発明の吸水剤組成物は 耐熱性に優れ、着色防止剤として添加された酸化防止剤 および/またはホウ素化合物により、それらを添加しな い場合に比べて、塩水に対する加圧下吸収倍率の向上し

### [0066] (図面の簡単な説明)

[図1] 本発明の吸水剤組成物(1)、比較吸水剤組成 物(1)の塩水に対する加圧下吸収倍率を時間ごとにプ ロットしたグラフである。

[図1]



フロントページの続き

(72)発明者 玉田 美奈

兵庫県姫路市網干区與浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 北山 数国

1,6,

兵庫県姫路市網干区與浜字西沖992番地の 1 株式会社日本触媒内

## Translation of selected passages from JP-A-230129/2000 (P2000-230129A)

### Page 1, Abstract:

### [Abstract]

[Object] To provide a novel water-absorbing composition which is free of coloring, and can maintain excellent absorption capacity for salt water under load even after long-term preservation.

[ Means for Solution ] The above-mentioned object can be achieved by a water-absorbing composition comprising a crosslinked acidic water-swellable polymer, a crosslinked basic water-swellable polymer, and an anticolorant and/or an antioxidant and/or a boron compound.

## Page 2, column 1, lines 1 to 12 (Claims):

# [Claims] /

[ Claim .1 ] A water-absorbing composition, comprising a crosslinked acidic water-swellable polymer, a crosslinked basic water-swellable polymer, and an anticolorant.

[ Claim 2 ] A water-absorbing composition, comprising a crosslinked acidic water-swellable polymer, a crosslinked basic water-swellable polymer, and an antioxidant.

[Claim 3] A water-absorbing composition according to claim 2, wherein the antioxidant is an anticolorant.

[ Claim 4 ] A water-absorbing composition, comprising a crosslinked acidic water-swellable polymer, a crosslinked basic water-swellable polymer, and a boron compound.

[Claim 5] A water-absorbing composition according to claim 4, wherein the boron compound is an anticolorant.

# Page 7, column 12, lines 6 to 46 (Referential Examples 1 to 2 and Example 1):

[ 0050 ] (Referential Example 1) Synthetic Example of Crosslinked Acidic Water-Swellable Polymer:

An amount 1,008.8 parts of acrylic acid. 8.63 of parts N,N'-methylenebisacrylamide (as a copolymerizable crosslinking agent), and 3,960.9 parts of water were mixed together, and the resultant mixture was deaerated with nitrogen gas for 60 minutes and then charged into an airtight container free to open and close, and the deaeration of the reaction system with nitrogen gas was continued while the liquid temperature was maintained at 20 °C under a nitrogen atmosphere. Next, under stirring, 30.5 parts of a 10 weight % aqueous 2,2'-azobis(2-amidinopropane) dihydrochloride solution, 10.8 parts of a 10 weight % aqueous hydrogen peroxide solution, 25.2 parts of a 1 weight % aqueous L-ascorbic acid solution were added thereto. As a result, polymerization started after 5 minutes, and the reaction system attained its peak temperature after 30 minutes. After 60 minutes from this attainment of the polymerization temperature to its peak, the resultant crosslinked hydrogel polymer was got out to obtain a hydrogelled crosslinked acidic water-swellable polymer (1).

[ 0051 ] (Referential Example 2) Synthetic Example of Crosslinked Basic Water-Swellable Polymer:

An amount of 3,417.5 parts of a 10 weight % aqueous polyallylamine solution (trade name: PAA-10C, produced by Nitto Boseki Co., Ltd.) was mixed with 82.5 parts of ethylene glycol diglycidyl ether (trade name: Denacol EX810, produced by Nagase Chemicals, Ltd.), and the resultant mixture was heated at 60 °C in an airtight container for 3 hours to obtain a hydrogelled crosslinked polyallylamine. The resultant hydrogelled crosslinked polyallylamine was referred to as hydrogelled crosslinked basic water-swellable polymer (1).

[0052] (Example 1): An amount of 145 parts of the hydrogelled crosslinked basic water-swellable polymer (1), as obtained in Referential Example 2, was added to 100 parts of the hydrogelled crosslinked acidic water-swellable polymer (1) as obtained in Referential Example 1, and further thereto 0.345 part of sodium hydrogensulfite powder was added as an antioxidant, and they were mixed together in a kneader, and the resultant mixture was passed through a meat chopper to obtain a mixture. mixture was placed into a plastic bag and then left alone in a thermohumidistat incubator of 60 °C for 5 days. Thereafter the mixture was got out of the plastic bag. and then dried in a hot-air drying machine for 2 hours, and then pulyerized with a laboratory pulverizer. The pulverized product was classified by passing it through a metal gauze of the mesh opening size of 850 microns to sieve out the passed product, thus obtaining a water-absorbing composition (1) according to the present invention. This water-absorbing composition (1) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 49.2 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 91.2, a-value = -0.75, b-value = 9.6, Hunter's whiteness degree value = 70.9, YI value = 18.46.

## Page 8, column 13, lines 8 to 27 (Example 2):

[0054] (Example 2): An amount of 145 parts of the hydrogelled crosslinked basic water-swellable polymer (1), as obtained in Referential Example 2, was added to 100 parts of the hydrogelled crosslinked acidic water-swellable polymer (1) as obtained in Referential Example 1, and further thereto 14.7 parts of a 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution was added as an antioxidant, and they were mixed together in a kneader, and the resultant mixture was passed through a meat chopper as equipped with a backflow preventer spirally in a meat chopper casing, thus obtaining a mixture. This mixture was placed into a plastic bag and then left alone in a thermohumidistat

incubator of 60 °C for 10 days. Thereafter, the mixture was got out of the plastic bag, and then dried in a hot-air drying machine of 120 °C for 2 hours, and then pulverized with a laboratory pulverizer. The pulverized product was classified by passing it through a metal gauze of the mesh opening size of 850 microns to sieve out the passed product, thus obtaining a water-absorbing composition (2) according to the present invention. This water-absorbing composition (2) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 37.6 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 41.2 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 88.74, a-value = -1.19, b-value = 16.18, Hunter's whiteness degree value = 55.66, YI value = 29.95.

## Page 8, column 13, line 38 to page 9, column 16, line 11 (Examples 3 to 11):

[0056] (Example 3): A water-absorbing composition (3) according to the present invention, containing phosphoric acid, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 13.9 parts of a 10 weight % aqueous phosphoric acid solution. This water-absorbing composition (3) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 25.0 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 26.5 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 86.45, a-value = -0.20, b-value = 21.39, Hunter's whiteness degree value = 46.87, YI value = 40.26.

[0057] (Example 4): A water-absorbing composition (4) according to the present invention, containing boric acid, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 0.882 part of boric acid powder. This water-absorbing composition (4) according

to the present invention exhibited an absorption capacity of 40.5 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 44.3 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 87.92, a-value = -0.62, b-value = 19.19, Hunter's whiteness degree value = 51.28, YI value = 35.77.

[0058] (Example 5): A water-absorbing composition (5) according to the present invention, containing malic acid, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 19.11 parts of a 10 weight % aqueous malic acid solution. This water-absorbing composition (5) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 29.9 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 32.8 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 87.16, a-value = -0.18, b-value = 19.64, Hunter's whiteness degree value = 49.61, YI value = 37.14.

[0059] (Example 6): A water-absorbing composition (6) according to the present invention, containing tartaric acid, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 21.84 parts of a 10 weight % aqueous tartaric acid solution. This water-absorbing composition (6) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 28.1 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 30.6 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 88.32, a-value = -0.85, b-value = 19.60, Hunter's whiteness degree value = 51.58, YI value = 36.13.

[0060] (Example 7): A water-absorbing composition (7) according to the present invention, containing citric acid, was obtained in the same way as of Example 2 except

to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 29.89 parts of a 10 weight % aqueous citric acid solution. This water-absorbing composition (7) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 27.1 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 29.6 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 87.16, a-value = -0.11, b-value = 20.36, Hunter's whiteness degree value = 48.91, YI value = 38.44.

[0061] (Example 8): A water-absorbing composition (8) according to the present invention, containing metaphosphoric acid, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 11.27 parts of a 10 weight % aqueous metaphosphoric acid solution. This water-absorbing composition (8) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 26.3 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 27.5 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 87.16, a-value = -0.11, b-value = 20.36, Hunter's whiteness degree value = 48.91, YI value = 38.44.

[0062] (Example 9): A water-absorbing composition (9) according to the present invention, containing sodium sulfite, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 17.9 parts of a 10 weight % aqueous sodium sulfite solution. This water-absorbing composition (9) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 37.3 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 40.6 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 89.41, a-value = -1.12, b-value = 14.90, Hunter's whiteness

degree value = 58.17, YI value = 27.62.

[0063] (Example 10): A water-absorbing composition (10) according to the present invention, containing lactic acid, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 12.74 parts of a 10 weight % aqueous lactic acid solution. This water-absorbing composition (10) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 32.6 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 35.8 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 86.85, a-value = -0.01, b-value = 19.40, Hunter's whiteness degree value = 49.34, YI value = 36.97.

[0064] (Example 11): A water-absorbing composition (11) according to the present invention, containing sodium hypophosphite, was obtained in the same way as of Example 2 except to replace the 14.7 parts of the 10 weight % aqueous sodium hydrogensulfite solution with 14.94 parts of a 10 weight % aqueous sodium hypophosphite solution. This water-absorbing composition (11) according to the present invention exhibited an absorption capacity of 33.9 g/g for salt water under load in 1 hour from the measurement initiation and an absorption capacity of 36.9 g/g for salt water under load in 4 hours from the measurement initiation. In addition, the results of the coloring test were as follows: L-value = 84.71, a-value = 0.65, b-value = 21.28, Hunter's whiteness degree value = 44.29, YI value = 41.42.

JP-A-230129/2000 (P2000-230129A)

Page 9, Fig. 1:

[Fig. 1]

